

Japanese Laid-Open Patent Publication No. 01-503790

(Published on December 21, 1989)

Japanese Patent Application No. 62-505403

(Filed on June 16, 1987)

Title: METHOD FOR LOW-TEMPERATURE NITROCARBURIZING OF
STEEL PIECES

Applicants: GORODETSKY DANIIL BORISOVICH

KHAITIN BORIS SHEILIKOVICH

<Line 17 on upper-right column to line 1 on lower-left
column in page 2>

A main object of the present invention is to provide a method for low-temperature nitrocarburizing of steel pieces by appropriately selecting a nitriding agent, and to provide process conditions of the method in order to increase abrasion resistance and durability of the processed steel pieces.

The above object is achieved by use of a method for low-temperature nitrocarburizing of steel pieces in which steel pieces are processed in medium of gaseous decomposition product of an organic agent including nitrogen and thereafter cooled.

According to the present invention, the above process is performed in a closed space, and polyamide is

used as the organic nitriding agent.

<Lines 15 to 19 on lower-left column in page 2>

In order to carry out the above method efficiently, pieces to be processed and fine-grained organic nitriding agent contained in a closed space are placed in a retort of a reactor type. The retort is hermetically sealed and heated up to 480 to 660°C. The pieces are maintained at the above temperature for two to four hours. Then, the thus-processed pieces are cooled.

⑫ 公表特許公報(A)

平1-503790

⑬ 公表 平成1年(1989)12月21日

⑭ Int. Cl.⁴
C 23 C 8/32

識別記号

庁内整理番号
7371-4K審査請求 未請求
予備審査請求 未請求

部門(区分) 3(4)

(全 5 頁)

⑮ 発明の名称 鋼片を低温浸炭窒化する方法

⑯ 特 願 昭62-505403

⑰ 出 願 昭62(1987)6月16日

⑱ 翻訳文提出日 平1(1989)2月15日

⑲ 国際出願 PCT/SU87/00067

⑳ 国際公開番号 WO88/10320

㉑ 国際公開日 昭63(1988)12月29日

㉒ 発明者 ゴロデツキ, ダニイル ポリソ ソビエト連邦, 252035, キエフ, ウリツア エヌ. オストロフスコ
ビチ
㉓ 出 願 人 ゴロデツキ, ダニイル ポリソ ソビエト連邦, 252035, キエフ, ウリツア エヌ. オストロフスコ
ビチ
㉔ 出 願 人 ハイティン, ボリス シエイリ ソビエト連邦, 252032, キエフ, ブルバル シェフチエンコ, デ
コビチ
㉕ 代 理 人 弁理士 青 木 朗 外 4 名
㉖ 指 定 国 AT(広域特許), AU, BE(広域特許), CH(広域特許), DE(広域特許), DK, FI, FR(広域特許), GB
(広域特許), IT(広域特許), JP, NL(広域特許), SE(広域特許)
最終頁に続く

請 求 の 範 囲

明 細 書

1. 鋼片を有機窒化試薬の気体分解生成物の媒体中で処理し、次いで該鋼片を冷却することにより該鋼片の低温浸炭窒化処理を行う方法において、該工程が密閉空間内で行われ、且つ有機窒化試薬がポリアミドであることを特徴とする鋼片を低温浸炭窒化する方法。

2. ポリアミドが被処理片のkg当り0.3～0.7パーセントの割合で供給されることを特徴とする請求項1記載の方法。

鋼片を低温浸炭窒化する方法

技術分野

本発明は金属及び合金の化学的熱処理に関し、特に鋼片に低温浸炭窒化を施す方法に関するものである。

本発明の方法は高速度及び他の高合金鋼及び鋼合金から種々の工具及び工具組立を製作することに適用しうるものである。

背景技術

低温浸炭窒化は金属又は合金片の耐摩耗性の改良と耐久性の延長のために適用される。これらの片は工程の温度を30から50℃超過する温度で赤熱硬化されていることを特徴としている。

高速度鋼工具の低温浸炭窒化処理は既知の技術である。かかる技術において、工具は予熱炉で560℃まで加熱され、この温度で、150～155cm³/hの割合で同時に供給された気体浸炭剤中において4～6時間保持され、次いで冷却される。

実際は、トリエタノールアミンと窒素添加剤の混合物である気体浸炭剤は、分解の間、工具の表面層を窒素と炭素で充填せしめる活性気体媒体を形成する。

強度800～900kgf/mm²を有する工具の表面に100～130μmの浸炭窒化層が形成され、かくて、工具の強度を940又は

1180kgf/mm²まで増加する。層はもろい浸炭窒化物と窒化物の ϵ -及び γ' -相で形成された表面領域(10~30 μ m厚)を有する。これは工具の最大曲げ強さ σ_{ub} の値を25~35%減少し、その衝撃靱性(又は衝撃強さ)係数を1.5~2.5倍減少する。(低温浸炭窒化に基づく高速度切削工具の特性の改善 A.N.Tarasov 著、the journal 'Stankii instrument' (Machine tools and tooling), No10, Moscow, 1979, pp16~18 (於ロシア))。

もろい ϵ -及び γ' -相の形成は浸炭窒化工程での大気中の酸素の存在に影響を受ける。この工程は工具を炉内へ挿入する過程と気体浸炭剤を導入する過程で生ずる。

前記工程は拡散層の形成の増加速度及びその全深さによって特徴づけられるが、しかしながら、該工程は工具の強さと耐摩耗性の両方に悪影響を与えるもろい ϵ -及び γ' -相の形成を抑制することができない。

処理される工具の強度特性へのもろい領域の悪影響を減少するために、拡散層の深さを30 μ m迄の深さにすることが必要である。これは工具の大量生産を遅延させる。

鋼片の低温浸炭窒化の他の方法は現在の技術の実態(50, A, 840, 195)の中で知られている。かかる技術は炉中において、有機窒化試薬の分解による気体生成物の媒体内で前記片を処理することで構成されている。該試薬は0.3~2kg/hの割合で炉中へ連続的に投入される。前記工程は480~660℃で1~7時間処理され、続いて該被処理片が冷却される。有機試薬は90~99.9質量%のカルバミドと0.1~10質量%のアン

機窒化試薬としてポリアミドが用いられる。

本発明の方法に従い、 ϵ -及び γ' -相の領域^{の自由}金属の浸炭窒化物及び窒化物の拡散層が2~4時間で形成される。この層の厚さは60から90 μ mに及び、その強度は1100から1250kgf/mm²に及び、該片の初期強度は780から900kgf/mm²になる。これは高速度鋼工具の摩耗抵抗を2から6倍に、且つ高合金鋼片の使用耐久性を2から10倍に増加せしめる。

前記方法は複雑な装置は必要とせず、操業において単純で且つ確実である。

最適な条件下で前記工程を実現するために、ポリアミドを被処理片のkg当り0.3~0.7パーセントの割合で用いることが得策である。

発明を実施するための最良の形態

前記方法を効率良く実施するために、処理される片と閉鎖空間に入れた細粒の有機窒化試薬を炉型レトリート内に置く。次いで該レトリートは密閉され、480~660℃まで加熱され、そして、該温度における前記片の恒温保持が2~4時間行われ、このように処理された片が続いて冷却される。閉鎖空間は前記目的にふさわしい装置によって構成される。閉鎖空間で工程を実施することは、被処理片の周囲の大気、特に、浸炭窒化工程全体を通じて、熱化学的反應で酸素の効果が發揮されると同様な大気中の酸素、との接触を取除くことを可能にする。

モニウムカーボネートによって構成される。工程の本質は窒化物と浸炭窒化物を結果的に形成する窒素と炭素を表面層に拡散浸透することである。しかしながら、前記工程が実施される条件では炉内への空気の永続的な進入を阻止することができず、一方大気中の酸素は肌焼きされた表面の品質を5~15 μ m厚のもろい浸炭窒化物 ϵ -及び γ' -相の表面領域の出現によって劣化する。このような領域の存在は被処理片の強度、表面硬度及び耐摩耗性に悪い影響を与える。かくして、例えば、約40 μ m厚で900~1100kgf/mm²の強度を有している浸炭窒化層は高速度鋼工具上に構成せられ、一方 ϵ -及び γ' -相の領域は10 μ m厚となって、工具の強度の15~25パーセントの減少と、早期の摩耗と破損の原因となっている。

加えて、上述の工程を実現するには、有機試薬を計量し、混合し、添加するための特別な装置と共に、該工程の技術を複雑にする制御及び監視システムを必要とする。

発明の開示

本発明の主要目的は窒化試薬を適当に選択することにより、鋼片を低温で浸炭窒化する方法を提供するものであり、又、処理された鋼片の摩耗抵抗と使用耐久性を確実に増加せしめる工程の条件を提供するものである。

前述の目的は、鋼片を窒素含有の有機試薬のガス状分解生成物の媒体で処理し、続いてそれらを冷却することによる、該鋼片の低温浸炭窒化方法を規定することで達成された。

本発明において、前記工程は閉鎖空間で処理され、又、有

炉型レトリートが加熱されると、そこでポリアミドの段階的分解が自由基モードに従って行われ、その結果、高い反応を特徴とする基を形成する。かくして、窒化物と浸炭窒化物を生成する窒素と炭素を含有した前記片の表面層の拡散の飽和が生ずる。密閉されたレトリート内に含まれた大気中の酸素はポリアミド分解生成物と化合し、もろい浸炭窒化物及び窒化物の ϵ -及び γ' -相の形成を阻止する。反応の為に添加されるポリアミドの量は上質な拡散層を造る最適な工程条件を提供するために選定される。被処理片のkg当り0.3から0.7%までの割合でポリアミドを使用することが要求される。下限値は浸炭窒化層の形成の度合及びその深さに依存し、一方上限値は成品に樹脂系物質を形成することを確実に阻止する条件から選ばれる。

閉鎖空間での鋼片の低温浸炭窒化における高分子ポリアミドの適用はもろい ϵ -及び γ' -相のない拡散浸炭窒化物の表面層に良質な摩耗抵抗値をもたらす。これにより、後続の研削又はラッピング作業を施すことができる。

工程は早い速度で進行し、そして実際的には被処理片の強さに影響しないが、摩耗抵抗層が大きい深さと硬さに特徴づけられる。これは高速度鋼切削工具に対し特に重要である。前記片の増加した耐久性はタングステン合金鋼の使用を可能にすると共に、ある場合では、工具切削速度を増加せしめることができる。

本発明の方法の特別な実施例を以下に示す。

実施例

実施例 1

高速度鋼切削工具(4 kg)、高合金鋼供給ローラー(1 kg)、及びポリヘキサメチレンアジバミド($1.5 \cdot 10^{-2}$ kg)が容量 $4 \cdot 10^{-3}$ m³ のステンレス鋼製レトルト内に装入され、シャフト炉へ収容された。次いでレトルトは密閉され $570 \pm 10^\circ\text{C}$ まで加熱され、この温度で恒温処理が3時間行われた。次に炉は休止され、該片は冷却された。次いで微小切片が用意され、顕微鏡組織分析が行われた。拡散層の厚さは切削工具について $70 \mu\text{m}$ 、ローラーについて $80 \mu\text{m}$ であり、一方強度は工具について 1150 及び 1250 kgf/mm^2 であり、ローラーについて 900 kgf/mm^2 であった。もろい ϵ -及び γ' -相の領域は見られなかった。

供給ローラーは自動溶接装置でステンレス鋼製ワイヤを供給するのに用いられた。ローラーの耐用寿命の限度は摩耗溝の深さが 0.2 mm に達する迄であった。この深さでワイヤはスリップするからである。SU, A, 840, 195の方法で処理されたローラーは耐用寿命が24時間であったが、本発明の方法で処理されたものは耐用寿命が146時間であった。

構造用鋼の試験片を旋盤にかけることにより、切削工具の比較耐久性試験を次の切削条件：切削深さ $t = 2 \text{ mm}$ ：供給速度 $S = 0.25 \text{ mm/rev}$ ：切削速度 $V = 46 \text{ m/min}$ ：及び、次の工具の形状寸法： $\phi = 90^\circ$ 、 $\phi_1 = 10^\circ$ 、 $r = 10^\circ$ 、 $Q = Q_1 = 10^\circ$ 、 $r = 0.4 \text{ mm}$ 、で行った。SU, A, 840, 195によって処理された工具は試験片188個を製作したが、本発明

れたフライスは86個の試験片を製作し、一方、本発明によって処理されたフライスは212個の試験片を製作した。工具耐久性の限界は製作される試験片の稠度の大きさに基づく。

実施例 3

高速度鋼ドリル(2 kg)、高合金鋼ダイパンチ(4 kg)、及びポリカプリノアミド(Polycaprinamide)($3 \cdot 10^{-2}$ kg)が容量 $4 \cdot 10^{-3}$ m³ のステンレス鋼製レトルトに装入され、シャフト炉へ収容された。レトルトは密封され、 $660^\circ \pm 10^\circ\text{C}$ 迄加熱され、この温度で恒温処理が2時間行われた。次いで炉は休止され、該片は冷却された。次に微小切片が準備され、顕微鏡組織分析が行われた。拡散層の厚さはドリルについて $50 \mu\text{m}$ 、及びダイパンチについて $60 \mu\text{m}$ であり、強度はそれぞれ $1050 \sim 1150 \text{ kgf/mm}^2$ と $850 \sim 900 \text{ kgf/mm}^2$ であった。もろい ϵ -及び γ' -相の領域は見られなかった。

SU, A, 840, 195の方法で処理された打抜き及び曲げパンチは2600個の屈曲片を製作したが、本発明の方法によって処理されたパンチは11250個の屈曲片であった。本発明の実施例に従って処理され、そして4 mm厚のステンレス鋼板に用いられた直径10 mmのドリルの耐久性はSU, A, 840, 195の方法によって処理されたドリルに比し3倍高かった。

実施例 4

高速度鋼スライス(0.5 kg)、高合金鋼ダイパンチ(1.5 kg)及びポリアクリルアミド($1.4 \cdot 10^{-2}$ kg)が容量 $4 \cdot 10^{-3}$ m³ のステンレス鋼レトルトに装入され、そしてシャフト炉へ収容された。次いでレトルトは密封され、 $660 \pm 10^\circ\text{C}$ 迄加熱

の方法によって処理された工具は試験片518個を製作した。工具耐久性の限界は製作される試験片の稠度の大きさに基づく。

実施例 2

高速度鋼フライス(3 kg)、高合金鋼供給ローラー(0.5 kg)、及びポリエナントアミド(Polyenanthamide)($1.4 \cdot 10^{-2}$ kg)が容量 $4 \cdot 10^{-3}$ m³ のステンレス鋼製レトルトに装入され、シャフト炉へ収容された。次いでレトルトは密封され、 $490 \pm 10^\circ\text{C}$ 迄加熱され、この温度で恒温処理が4時間行われた。次いで、炉は休止され、該片は冷却された。次に微小切片が用意され、顕微鏡組織分析が行われた。拡散層の厚さはフライスについて $25 \mu\text{m}$ 、及びローラーについて $35 \mu\text{m}$ であり、強度はそれぞれ $1150 \sim 1200 \text{ kgf/mm}^2$ と $900 \sim 950 \text{ kgf/mm}^2$ であった。もろい ϵ -及び γ' -相の領域は見られなかった。供給ローラーは自動溶接装置でステンレス鋼製ワイヤを供給するのに用いられた。ローラーの耐用寿命の限界は摩耗溝の深さが 0.2 mm に達する迄であった。この深さでワイヤはスリップするからである。SU, A, 840, 195の方法で処理されたローラーの耐用寿命は24時間であったが、本発明の方法で処理されたローラーの寿命は48時間であった。

構造用鋼の試験片をフライスの端面で次の切削条件に基づいてフライス削りを行うことにより、フライスの比較耐久性試験を行った。

切削深さ $t = 4 \text{ mm}$ ：供給速度 $S = 0.1 \text{ mm/tooth}$ 、

切削速度 $V = 64 \text{ m/min}$ 、SU, A, 840, 195によって処理さ

され、この温度で恒温処理が2.5時間行われた。次いで炉が休止され、該片は冷却された。次に微小切片は準備され、そして顕微鏡組織分析が行われた。拡散層の厚さはフライスについて $40 \mu\text{m}$ 及びパンチについて $50 \mu\text{m}$ であり、強度はそれぞれ $1050 \sim 1150 \text{ kgf/mm}^2$ と $850 \sim 900 \text{ kgf/mm}^2$ であった。もろい ϵ -及び γ' -相の領域は見出せなかった。次の切削条件で低合金鋼試験片をフライスすることによって直径18 mmのフライス端面の比較耐久性試験を行った。

切削深さ $t = 2 \text{ mm}$ ：供給速度 $S = 0.1 \text{ mm/tooth}$ ：

切削速度 $V = 56 \text{ m/min}$ 。

SU, A, 840, 195によって処理されたフライスは52個の試験片を製作し、一方本発明によって処理されたフライスは118個の試験片を製作した。工具耐久性の限界は製作された試験片の最終表面の稠度と品質の度合に基づく。

SU, A, 840, 195の方法によって処理された打抜き及び曲げパンチは1580個を製作することができ、一方本発明によって処理されたパンチは3280個を製作することができた。

実施例 5

高速度鋼切削工具(2 kg)、高合金鋼供給ローラー(0.5 kg)、及びポリピロリドン(polypyrrolidone)($1.8 \cdot 10^{-2}$ kg)が容量 $4 \cdot 10^{-3}$ m³ のステンレス鋼レトルトに装入され、そしてシャフト炉へ収容された。次いでレトルトは密封され、

$540 \pm 10^\circ\text{C}$ 迄加熱され、この温度で恒温処理が3.5時間行われた。次いで炉は休止され、試験片は冷却された。次に微小切片が準備され、そして顕微鏡組織分析が行われた。拡散層

の厚さは工具について80 μ m及びローラーについて85 μ mであり、強度はそれぞれ1150~1250kgf/ mm^2 と900~950kgf/ mm^2 であった。もろい ϵ -及び γ' -相の領域は見出せなかった。供給ローラーは自動溶接装置でステンレス鋼製ワイヤを供給するために用いられた。ローラー耐用寿命の限界は摩耗溝の深さがワイヤがスリップする0.2mm迄であった。SU,A,840,195の方法で処理されたローラーは24時間の耐用寿命を有し、一方、本発明の実施例によって処理されたローラーは158時間の耐用寿命を有した。構造用鋼試験片を自動旋盤機にかけることにより、切削工具の比較耐久性試験を次の切削条件：切削深さ $t=3\text{mm}$ ：供給速度 $S=0.18\text{mm/rev}$ ：切削速度 $V=58\text{m/min}$ 、及び次の工具の形状寸法： $\phi=45^\circ$ 、 $\phi_1=45^\circ$ 、 $r=10^\circ$ 、 $Q=Q_1=10^\circ$ 、 $r=0.1\text{mm}$ 、に基づいて行った。SU,A,840,195の方法によって処理された工具は試験片130個を製作したが、本発明の方法で処理された工具は試験片620個を製作した。工具耐久性の限界は製作される試験片の稠度の大きさに基づく。

実施例6

自動旋盤機の切削工具、直径18mmと24mmのフライス、直径10mmの高速度鋼ドリル、打抜き及び曲げパンチ、更に自動溶接機に係る高合金鋼供給ローラーがSU,A,840,195による工程を実施するために準備されたシャフト炉に装入された。装入された試験片の総重量は20kgであった。浸炭窒化工程は $570\pm 10^\circ\text{C}$ で6時間、カルバミド95%とアンモニウムカルバミド5%の混合物を2kg/hの割合で、連続的に吹込ん

だ状態で行われ、そこで試験片は冷却された。

次いで微小切片が準備され、そして顕微鏡分析が行われた。拡散層の厚さは高速度鋼切削工具について40 μ m、ローラー及びパンチについて50 μ mであり、強度はそれぞれ1000~1100kgf/ mm^2 と850~890kgf/ mm^2 であった。もろい ϵ -及び γ' -相の領域は10~50 μ mであった。

産業上の利用可能性

本発明の方法は高速度及び他の高合金鋼及び鋼合金から種々の工具及び工具組立を製作することに適用することができる。

国際調査報告

International Application No PCT/SU 87/00067

| | | |
|--|---|---|
| I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (In several classification symbols apply, indicate all) According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC IPC ⁴ C23C 8/32 | | |
| II. FIELDS SEARCHED Minimum Documentation Searches ⁵ Classification System Classification Symbols IPC ⁴ C22C 38/00, C23C 8/20, 8/28-8/32 Documentation Searched other than Minimum Documentation to the extent that such Documents are included in the Fields Searched ⁶ | | |
| III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT ⁷ Category ⁸ Citation of Document, with indication, where appropriate, of the relevant passages ⁹ Relevant to Claim No. ¹⁰ | | |
| Y | SU, A1, 432240 (A.T. Chshukin et al.) see column 1, lines 18-30, column 2, lines 1-4, the claims | 1 |
| Y | SU, A1, 1161585 (V.P. Deev et al.) 15 June 1985 (15.06.85) see column 1, lines 25-30, the claims | 1 |
| <p>⁴ Special Categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubt on priority claims or which is cited to establish the publication date of another document or other special reason (to be specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>⁷ "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to underline the principle of novelty underlying the invention "X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step "Y" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such docu- ments, such combination being shown to be a person skilled in the art "A" document member of the same patent family</p> | | |
| IV. CERTIFICATION Date of the Actual Completion of the International Search 30 December 1987 (30.12.87) Date of Mailing of the International Search Report 24 February 1988 (24.02.88) International Searching Authority ISA/SU Signature of Authorized Officer | | |

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 1988)

第1頁の続き

⑦発 明 者 ハイティン、ボリス シエイリ
 コビチ

⑫発明者 ピツチュク、ラフアイル アキ
モビチ

⑦出 願 人 ビツチュク、ラフアイル アキ
モビチ

ソビエト連邦, 252032, キエフ, ブルバル シェフチエンコ, デ
ー. 58, クバルチーラ 31

ソビエト連邦, 252212, キエフ, ウリツァ マリノフスコゴ, デ
ー, 3 ペー, クバルチーラ 104

ソビエト連邦, 252212, キエフ, ウリツァ マリノフスコゴ, デ
ー. 3 ベー, クバルチーラ 104